Etude expérimentale de l'endommagement thermique du granite

Mokhfi Takarli, William Prince, Laurent Molez

▶ **To cite this version:**

Mokhfi Takarli, William Prince, Laurent Molez. Etude expérimentale de l'endommagement thermique du granite : Mesures destructives et non destructives. 24èmes Rencontres de l'AUGC : "Construire: les nouveaux défis", Jun 2006, La Grande Motte, France. hal-01421826

HAL Id: hal-01421826
https://hal.science/hal-01421826

Submitted on 3 Feb 2017

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Etude expérimentale de l'endommagement thermique du granite

Mesures destructives et non destructives

Mokhfi Takarli – William Prince – Laurent Molez

Laboratoire de Génie Civil et Génie Mécanique.
INSA de Rennes, 20 Avenue des Buttes de Coësmes. 35043 Rennes cedex

Mokhfi.Takarli@ens.insa-rennes.fr, William.Prince-Agbodjan@insa-rennes.fr, Laurent.Molez@insa-rennes.fr

RÉSUMÉ. *L'objectif de ce travail est d'étudier l'effet de la température sur les propriétés physiques et mécaniques d'un matériau granitique. Des mesures de perméabilité au gaz, de vitesse de propagation des ondes longitudinales, de résistance mécanique à la compression et le module de Young ont été réalisées sur des échantillons sains et traités à des températures croissantes de 105°C à 600°C. Les résultats montrent une très bonne corrélation entre l'évolution de ces propriétés et l'endommagement induit par le traitement imposé. Cette étude est approfondie par une investigation de l'évolution du processus de rupture par analyse des courbes contrainte-déformations et contrainte-perméabilité.*

ABSTRACT. *In this paper, the effect of thermal treatment on physical and mechanical properties of a granitic rock is experimentally investigated. Gas permeability, P-wave velocity and attenuation, ultimate strength and Young modulus are measured on samples heated at temperature ranging from 105 to 600°C. Results show good correlation between the evolution of these properties and the amount and nature of the damage induced by the thermal treatment. The effect of temperature on the failure process in granite is also investigated using strain gauge measurements and permeability evolution in uniaxial compressive test.*

MOTS-CLÉS : *Granite, Température, Endommagement, Propriétés physiques et mécaniques, Perméabilité, Vitesse des ondes, Microfissuration, Processus de rupture.*

KEYWORDS: *Granite, Thermal damage, Physical and Mechanical properties, Permeability, P-wave velocity, Micocracks, Failure process.*

1. Introduction

Un des principaux problèmes soulevés par la sécurité des tunnels est le comportement des matériaux face aux incendies : il s'agit d'étudier la résistance des matériaux de structure aux élévations accidentelles de température. Les variations thermiques induites par l'incendie peuvent entraîner des modifications de la microstructure des matériaux, la création de micro-fissures, la transformation de leurs constituants minéraux, et une diminution de leurs performances mécaniques.

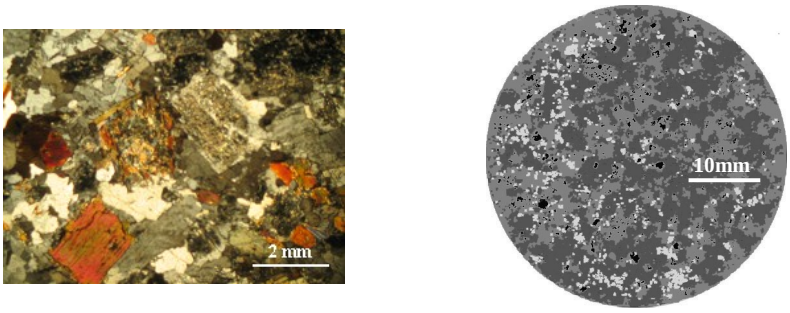
De nombreux tunnels ferroviaires ou routiers sont réalisés dans des massifs rocheux granitiques parce qu'il s'agit d'un matériau relativement résistant et de faible porosité matricielle. Cependant, cette roche dont le comportement est plutôt fragile, est très sensibles aux effets de la température. Même quand le champ de température est homogène et le refroidissement libre, la température a des conséquences analogues à celles des sollicitations mécaniques classiques. L'hétérogénéité minérale, l'anisotropie de la structure et l'anisotropie thermique des cristaux constitutifs provoquent des inégalités de dilatations. Des contraintes intergranulaires dues aux conditions de déplacement relatif imposées aux limites des grains ou aux limites des cristaux se développent alors et engendrent, au-delà d'un certain seuil, des microfissures intergranulaires et intragranulaire. Cette microfissuration est irréversible et se traduit par une dilatation volumique permanente (Bérest et Vouille, 1988, Chayé d'Albissin et Sirieys, 1989). Le granite tend à se microfissurer fortement lorsque la température dépasse 573°C. A cette température la forme alpha du quartz se transforme en forme bêta avec une dilatation volumique de 8% qui crée des tensions au sein de la roche (Géraud *et al.,* 1992).

L'objectif de ce travail est de caractériser l'endommagement des matériaux granitiques sous l'effet de traitement thermique à des températures maximales croissantes (105°C, 200°C, 300°C, 400°C, 500°C et 600°C). Dans chaque cas l'échantillon est porté à la température désirée et maintenu à cette température pendant deux heures. Ensuite, il est refroidi à vitesse constante jusqu'à température ambiante avant d'être soumis aux différentes mesures. La caractérisation et la quantification des dommages induits par ce type de dégradation sont réalisées par deux méthodes : d'une part, des méthodes non destructives qui permettent de suivre l'évolution de l'endommagement au cours des sollicitations cumulées, d'autre part des méthodes destructives destinées à préciser les caractéristiques et le comportement mécanique des matériaux au terme de cette dégradation. Pour les essais non destructifs il s'agit d'une part de mesures de vitesse de propagation d'ondes ultrasonores, d'autre part de mesures de perméabilité au gaz. Les essais destructifs consistent à soumettre les échantillons à un chargement uniaxial de compression et à mesurer ses déformations et les variations de sa perméabilité au gaz simultanément.

2. Matériau et procédure expérimentale

2.1. *Matériau*

La roche étudiée est un granite à grains fins (0,5 à 3mm) (figure 1a). Sa composition minéralogique a été déterminée par une technique de coloration spécifique des différents constituants (Laniz *et al.,* 1964). La méthode consiste à attaquer la surface des échantillons à l'aide d'une solution d'acide fluorhydrique de manière à libérer les ions Na+ et Ca++ des plagioclases ainsi que les ions K+ du feldspath potassique. C'est ce résidu de surface qui sera par la suite coloré. La coloration de ces résidus se fait par le cobaltnitrite de sodium qui forme un précipité jaune sur les ions K+ du feldspath potassique. D'autre part, le chlorure de barium permet de remplacer les ions Ca++ des plagioclases par les ions Ba++ lesquels sont ensuite précipités par l'amaranthe rouge. Après ces traitements chimiques, les surfaces des échantillons sont photographiées puis analysées à l'aide d'un logiciel de traitement d'images pour déterminer la proportion des minéraux constituant la roche (figure 1b). Sur l'ensemble des échantillons analysés, la composition minéralogique varie très peu avec 42% de quartz, 46% plagioclases, 8% de feldspaths alcalins et 4% de micas noirs. La variation dans le composition est inférieure à 3% concernant les quartz et les plagioclases.



a) b)

Figure 1. *a) Photo de lame mince observée en lumière polarisée b) Analyse pétrographique, section de l'éprouvette 40mm.*

La roche à une masse volumique environ 2690 kg/m^3 et une porosité communicante de l'ordre de 0,68 %. L'étude de l'effet des élévations de température sur les propriétés physiques et mécaniques de ce matériau a été réalisée sur des éprouvettes cylindriques de 40 mm de diamètre et 60 mm de hauteur prélevées sur un même bloc de roche.

2.2. *Traitement thermique*

Les échantillons granitiques sont chauffés dans un four à vitesse constante de 1°C/minute jusqu'à une température maximale. Les températures de traitement sont les suivantes : 105°C, 200°C, 300°C, 400°C, 500°C et 600°C. Une faible vitesse de chauffage est requise pour s'assurer que les fissures induites dans le matériau résultent seulement de l'effet de la température et non pas du gradient thermique à travers l'échantillon. Dans chaque cas l'échantillon est porté à la température désirée et maintenu à cette température pendant 2 heures. Ensuite, il est refroidi à la même vitesse jusqu'à température ambiante avant d'être soumis aux différentes mesures. Cette procédure de chauffage produit un gradient de température dans l'échantillon inférieur à 0,9°C/cm (Glover *et al.,* 1995).

3. Mesures non destructives

La caractérisation et la quantification non destructives des dommages induits dans le granite sous l'effet du traitement thermique ont été réalisées par deux méthodes complémentaires qui sont de bons indicateurs de l'évolution de la microstructure et de la fissuration de la roche. Il s'agit d'une part de mesures de propagation d'ondes ultrasonores, d'autre part des mesures de perméabilité au gaz. Les vitesses de propagation d'ondes ultrasonores reflètent le niveau d'endommagement global de l'échantillon. Tandis que la perméabilité au gaz reflète l'importance du réseau interconnecté pouvant correspondre aux chemins d'intrusion des agents agressifs. Ces deux mesures nécessitent un séchage préalable à 105°C pour éliminer l'eau libre. Les résultats donnant l'évolution de la perméabilité (rapport $k_{T°}/k_{105°C}$) et de la vitesse de propagation des ondes longitudinales en fonction de la température de traitement du granite sont représentés sur la figure 2.

De façon générale, on constate que la perméabilité résiduelle après sollicitation augmente lorsqu'on élève la température du traitement thermique. Pour les échantillons sains à faible porosité (0,64% à 0,70%), l'augmentation de la perméabilité est faible entre 105°C et 300°C, elle devient plus significative jusqu'à 500°C. Au-delà de 500°C, l'accroissement est naturellement accentué en raison de la transformation allotropique du quartz qui intervient autour de 573°C (Géraud *et al.,* 1992). La transformation du quartz de la forme basse température dite alpha à la forme haute température dite bêta s'accompagne en effet d'une dilatation volumique assez importante (8%) qui crée des tensions internes au sein de la roche et accentue sa fissuration.

Cependant, les échantillons micro-facturés qui ont des porosités plus grandes que les échantillons précédents (entre 0,72% et 0,77%), présentent approximativement le même chemin d'évolution de perméabilité sauf à 200°C où on note une diminution de la perméabilité de l'ordre de 20%. Ceci s'explique par une fermeture partielle des fissures préexistantes par dilation thermique des minéraux

constitutifs de la roche. Des mesures de porosimétrie au mercure réalisées par Géraud (1994) ont effectivement montré que des échantillons initialement microfissurés présentent une diminution du diamètre moyen de leurs pores et des vides connectés lorsqu'ils sont chauffés à 200°C environ.

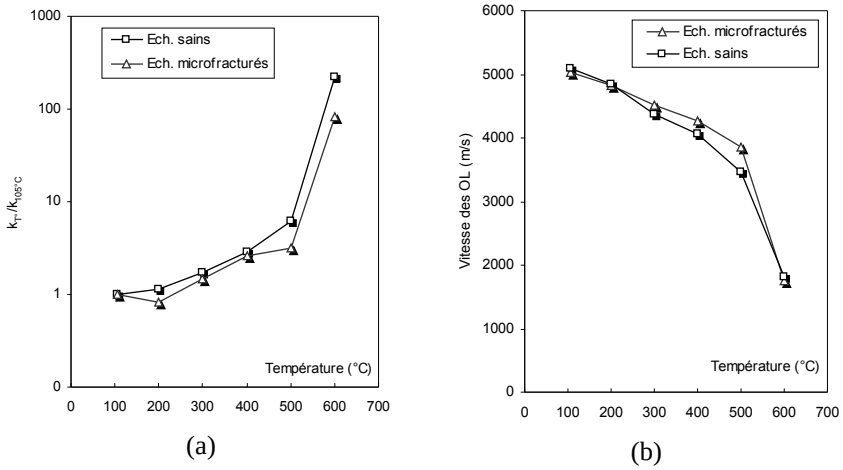


Figure 2. *Evolution des propriétés physiques du granite en fonction de la température de traitement. a) perméabilité au gaz, b) vitesse de propagation des ondes longitudinales.*

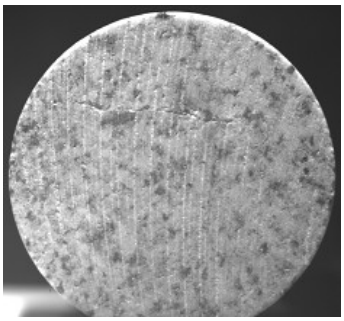


Figure 3. *Photographie d'un échantillon microfracturé. Ces échantillons n'ont pas été pris en compte dans les essais mécaniques.*

En ce qui concerne les mesures de vitesse de propagation des ondes longitudinales, on note un comportement identique pour les deux types d'échantillons (sains et micro-fracturés, figure 2b). La vitesse diminue progressivement et de manière quasi linéaire jusqu'à 500°C où on observe des pertes de l'ordre de 32% par rapport à l'état initial (105°C). Au-delà de cette température la diminution de vitesses est plus significative, de l'ordre de 63% à 600°C. Cette diminution des vitesses indique que le traitement thermique induit des transformations irréversibles qui modifient le chemin parcouru par l'onde.

L'effet de ces transformations peut être aussi observé sur les courbes donnant l'évolution du spectre fréquentiel en fonction de la température. On y observe deux conséquences nettes (voir figure 4) ; d'une part la diminution de l'amplitude du signal à cause de l'atténuation des ondes produite par l'accroissement des vides dans la roche, et d'autre part la diminution de la fréquence centrale. La diffusion des ondes sur les fissures affecte donc plus sensiblement les fréquences élevées du signal.

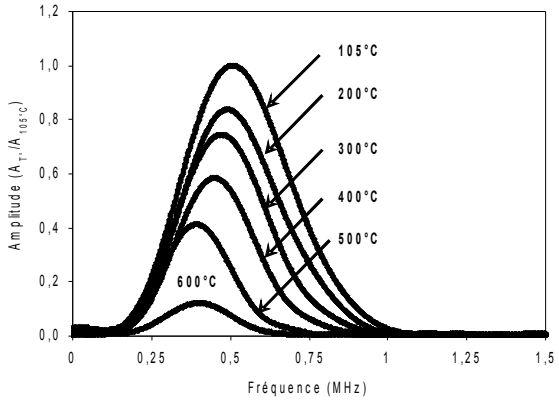


Figure 4. *Evolution du spectre fréquentiel avec l'augmentation de la température.*

4. Mesure destructives

Dans cette partie, nous nous sommes intéressés à l'effet de la température sur le comportement mécanique macroscopique du granite. En premier lieu nous avons suivi l'évolution de la résistance mécanique et du module élastique longitudinal à

partir des essais de compression simple réalisés sur des échantillons traités à températures croissantes. Ensuite nous avons analysé les courbes contrainte-déformation et contrainte-perméabilité pour explorer l'effet de l'augmentation de la température sur le processus de rupture des échantillons.

4.1 Evolution des propriétés mécaniques

Les résultats obtenus à partir des essais de compression uniaxiale montrent une perte de résistance à la compression de l'ordre de 20% entre 105°C et 500°C. A 600°C, la perte de résistance observée est beaucoup plus significative (47%). Le module de Young des échantillons testés suit la même tendance avec des diminutions de 28% et 62% respectivement à 500°C et 600°C. Les valeurs de résistance à la compression (σ_R) et de module élastique longitudinal (E) sont reportées dans le tableau ci-après.

Tableau 1. *Tableau récapitulatif des propriétés mécaniques pour les différentes températures de traitement.*

Température	σ_R [MPa]	σ_R/σ_0	E [GPa]	E/E_0
105°C	244 (±2.40)	1	75 (±2.25)	1
300°C	224 (±2.30)	0,92	62 (±1.86)	0,82
500°C	194 (±9.75)	0,79	54 (±2.70)	0,72
600°C	128 (±6.40)	0,52	28 (±1.68)	0,37

4.2 Analyse de l'évolution du processus de rupture

Les micromécanismes de la fissuration et le processus de rupture des roches fragiles ont été largement étudiés par de nombreux chercheurs (Brace 1964, Bieniawski 1976, Eberhardt et al., 1998). La plupart de ces travaux sont basés sur des observations microscopiques de la microstructure endommagée à divers niveaux de contrainte et sur l'analyse des courbes contrainte-déformation obtenues à partir des essais uniaxiaux ou triaxiaux. Les principaux mécanismes menant à la rupture fragile des roches sous compression sont décrits ci-dessous. On distingue plusieurs phases principales dans le processus de rupture tout au long de la courbe contrainte-déformation. Notons que ce processus peut différer légèrement suivant la nature de la roche.

Phase de serrage ; Cette phase se situe à un niveau de contrainte faible ($\sigma < \sigma_{cc}$). Les courbes contrainte axiale/déformation axiale ont une portion de courbe initialement concave avant d'être linéaire au point σ_{cc}, du fait de

l'augmentation progressive de la rigidité. Cette phase s'accompagne d'une compaction de l'échantillon. La déformation volumique de l'échantillon est contractante. Cette phase est dite de serrage car elle correspond à une fermeture initiale élastique ou inélastique des pores et microfissures préexistantes du matériau, ce dernier devenant de plus en plus rigide quand les lèvres des fissures viennent en contact mutuellement. La figure 5 donnant l'évolution des courbes contrainte-déformation montre que l'importance de cette phase est fonction de l'endommagement initial du matériau. Ainsi, la déformation axiale de l'échantillon dans cette phase est d'autant plus grande que la température de traitement est plus élevée.

Phase linéaire ; Cette phase correspond à la phase linéaire de la courbe effort-déformation ($\sigma > \sigma_{cc}$). Pendant cette phase, la déformation volumique est contractante. Aucune présence de discontinuités mécaniquement induites, aucune fissure transgranulaire n'est détectée. L'activité de microfissuration est négligeable. Les fissures susceptibles de se fermer le sont déjà et les concentrations de contraintes à l'échelle microscopique ne sont pas suffisantes pour générer de nouvelles fissures. Le comportement de l'échantillon testé est encore celui d'une roche saine (sans fissures).

Phase seuil de microfissuration (σ_{ci}) ; Cette phase marque le début d'une phase d'amorçage et de propagation stable de la microfissuration. Elle se caractérise par la perte de linéarité de la courbe contrainte-déformation transversale au point σ_{ci}. A ce stade de déformation, les courbes contrainte-déformations axiales sont encore linéaires. Cette linéarité témoigne de la tendance générale des microfissures à se développer de façon prédominante dans la direction parallèle à la contrainte compressive principale majeure.

Phase de propagation instable de la microfissuration ($\sigma > \sigma_{cd}$); Cette phase marque le début de la propagation instable de la microfissuration, elle débute au point de virage (σ_{cd}) sur la courbe contrainte-déformation volumique où l'échantillon passe d'un comportement contractant vers un comportement dilatant à cause de la propagation instable des fissures (voir figure 6). Dans cette phase, les déformations dans l'éprouvette deviennent fortement inhomogènes et se localisent dans une bande mince.

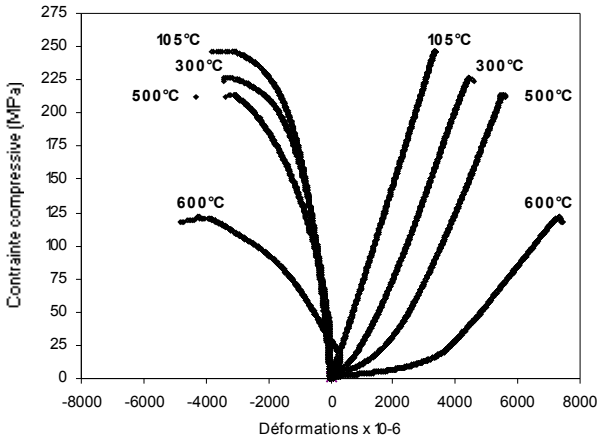


Figure 5. *Courbes contrainte-déformations axiales pour différentes températures de traitement.*

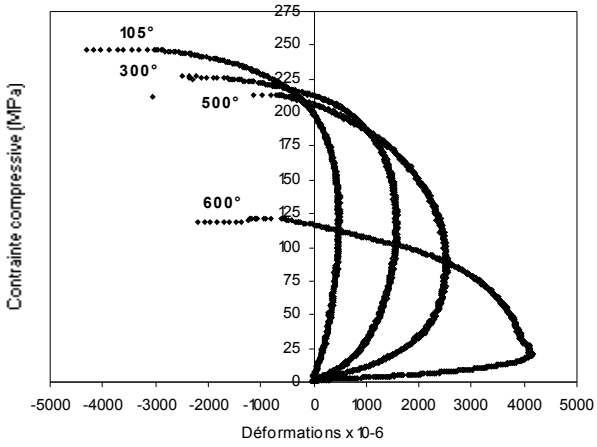


Figure 6. *Courbes contrainte-déformation volumique pour différentes températures de traitement.* $\varepsilon_V = \varepsilon_a + 2\varepsilon_r$ *avec* ε_a *est la déformation longitudinale et* ε_r *est la déformation radiale ou transversale.*

Les seuils représentants les différentes phases de microfissuration décrites précédemment peuvent être détectés au cours du chargement par plusieurs méthodes : enregistrement des émissions acoustiques (Eberhardt *et al.,* 1998), mesure de perméabilité et de vitesse de propagation des ondes ultrasonores (Sarout *et al.,* 2006). Dans notre étude, nous nous sommes intéressés à la mesure de perméabilité sous charge car celle-ci est particulièrement sensible à l'anisotropie de l'orientation des microfissures et son évolution est directement liée aux modifications microstructurelles induites par la fermeture ou l'ouverture des fissures. Cette mesure est très intéressante pour la compréhension des micromécanismes de fissuration sous charge mais sa réalisation est délicate et demande une maîtrise fine des conditions expérimentales (température, vitesse de chargement, pression de percolation, …etc.).

Sur la figure 7 sont représentées les courbes contrainte-débit gazeux pour différentes température de traitement (105°C, 300°C, 500°C et 600°C). Ces courbes reflètent l'évolution de la fissuration connectée en fonction de la sollicitation exercée au matériau. Elles présentent une allure générale qui comporte souvent quatre phases:

1. La première phase correspond à une diminution de la perméabilité au gaz, suite à une fermeture partielle des pores et des microfissures préexistantes.

2. La deuxième phase est un domaine intermédiaire où la perméabilité reste pratiquement constante malgré l'augmentation de la contrainte Dans ce domaine, on peut supposer que la consolidation et la microfissuration coexistent mais que leurs effets s'annulent.

3. La troisième phase à partir σ_{caol} correspond à une augmentation de la perméabilité. C'est la conséquence directe de l'interconnections et la coalescence des microfissures lesquelles se transforment progressivement sous l'effet du chargement et par propagation stable en une fissuration de plus en plus importante.

4. La dernière phase correspond à la partie critique du comportement de la roche sous charge. La perméabilité varie significativement et rapidement, ceci est dû aux propagations instables des fissures à travers le matériau.

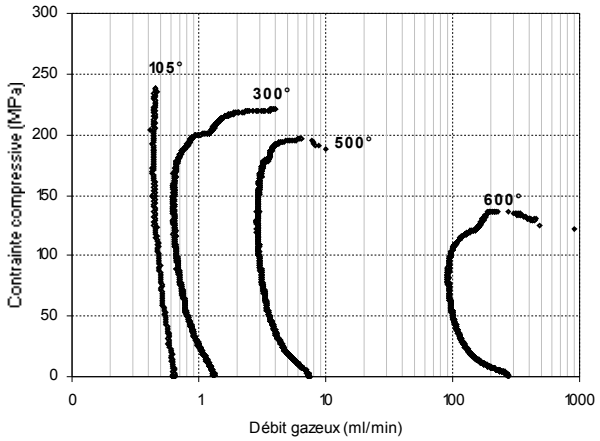


Figure 7. *Courbes contrainte-débit gazeux pour différentes températures de traitement.*

Le resserrement des fissures, mis en évidence par la courbure de la courbe de déformation axiale et à nouveau par la diminution de la perméabilité dépend de la densité de la fissuration préexistante dans le matériau. En effet, sur la figure 6 on peut également observer que la diminution de perméabilité dans la phase de serrage est d'autant plus importante que la température de traitement est élevée. Ceci reflète l'ampleur du dommage induit par la température.

Sur la figure 8, on trace l'évolution des seuils de microfissuration pour les différentes températures de traitement appliquées aux échantillons granitiques. Notons premièrement que le processus de rupture reste toujours caractérisé par la succession des phase suivantes : initiation et propagation stable des microfissures, propagation instable, coalescence, et finalement la localisation des déformations qui initie la rupture de l'échantillon. Les valeurs des seuils σ_{cd} et σ_{inter}, à l'instar de la résistance mécanique (σ_R), sont également affectées par la température. On note toutefois, entre 105°C et 500°C que le seuil d'initiation des microfissures (σ_{ci}) reste quasi constant. Ce résultat montre que dans cet intervalle de température les minéraux ne sont pas endommagés. La perte des performances mécaniques est principalement due à la propagation instable et la coalescence des fissures initialement induites par le traitement thermique et celles engendrées par le chargement mécanique. Au-delà de 500°C, l'affaiblissement de l'échantillon est accentuée par la transformation minéralogique des cristaux de quartz.

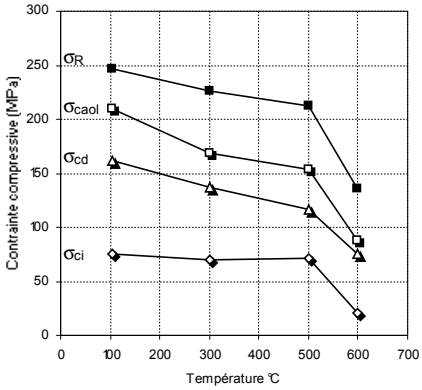


Figure 8. *Evolution des seuils de microfissuration pour les différentes températures de traitement.*

5. Conclusions

L'objectif de notre travail est de caractériser l'état initial d'un matériau granitique par la mesure de ses propriétés physiques et mécaniques et d'étudier les effets d'une élévation de la température sur ces propriétés.

La perméabilité au gaz et la vitesse de propagation des ondes ultrasonores sont les deux mesures non destructives que nous avons choisi pour caractériser l'état initial du matériau et suivre son endommagement sous l'effet des sollicitations thermiques. Dans le cas des échantillons initialement sains, on note une légère augmentation de la perméabilité entre 105°C et 200°C. Celle-ci est probablement due à la création d'une nouvelle fissuration par décohésion entre les grains de la roche (induite par l'anisotropie et l'hétérogénéité des coefficients de dilatation des différents minéraux). Les échantillons initialement fissurés présentent dans ce même domaine de température une diminution de la perméabilité induite par une fermeture partielle des fissures préexistantes sous l'effet de la dilatation thermique des minéraux. Entre 200°C et 500°C, on note une augmentation progressive de la perméabilité pour l'ensemble des échantillons testés. Au-delà de 500°C, l'augmentation de la perméabilité est plus accentuée en raison de la transformation allotropique du quartz. Les mesures ultrasonores montrent une diminution progressive et quasi linéaire de la vitesse de propagation des ondes longitudinales entre 105°C et 500°C. Au-delà de cette température on note une chute brutale des vitesses de l'ordre de 62% à 600°C. Sur les spectres fréquentiels on note une atténuation des ondes d'autant plus marquée que la température est élevée et plus

particulièrement pour les fréquences les plus élevées du signal. Ces résultats reflètent la grande sensibilité de ces deux mesures aux évolutions microstructurelles de la roche et mettent en évidence leur caractère complémentaire.

Les mesures destructives réalisées en compression simple indiquent une diminution de la résistance mécanique et du module élastique longitudinal. Ces pertes de performances mécaniques sont plus importantes entre 500°C et 600°C. L'analyse des courbes contrainte-déformation et contrainte-perméabilité permet d'identifier le processus de fissuration sous charge et de définir le rôle joué par les sollicitations thermiques dans l'affaiblissement du matériau. Lorsque l'échantillon est initialement endommagé, les microfissures préexistantes s'interconnectent plus facilement avec celles induites par le chargement mécanique et conduisent à une rupture prématurée de l'échantillon.

6. Bibliographie

Berest P., Vouille G. « La Thermomécanique des Roches, Manuels et Méthodes », Ed. BRGM, 1988, p. 68-101.

Bieniawski Z.T., « Mechanism of brittle rock fracture. Part I: theory of the fracture process », Int. J. Rock Mech. Min. Sci. Geomech. Abstr., vol. 4, n° 4, 1976, p. 395-406.

Brace W.F., « Brittle fracture of rocks. In: State of stress in the Earth's Crust », Proceeding of the international conference, Santa Monica, New York, 1964, American Elsevier Publishing Co., p. 110-178.

Chaye d'albissin M., Sirieys P., « Déformabilité thermique des roches : relation avec leur structure », Rock at Great Depth, Maury & Fourmaintraux (Eds.), 1989 Balkema, Rotterdam, p. 363- 370.

Eberhardt E., Stead D., Stimpson B., Read R.S., « Identifying crack initiation and propagation thresholds in brittle rock », Canadian Geotechnical Journal. Vol. 35, n° 2, 1998, p. 222-233.

Géraud Y., « variations of connected porosity and inferred permeability in a thermally cracked granite », Geophys. Res. Lett., vol. 21, n° 11, 1994, p. 979-982.

Géraud Y., Mazerolle F., Raynaud S., « Comparison between connected and overall porosity of thermally stressed granites », Journal of structural Geology, vol. 14, n° 8/9, 1992, p. 981-990.

Glover P.W.J., Baud P., Darot M., Meredith P.G., Boon S.A., LeRavalec M., Zoussi S., Reuschle T., « a/b phase transition in quartz monitored using acoustic emissions », Int. J. Geophys, vol. 120, 1995, p. 775-782.

Laniz R.E., Stevens R.V., Norman M.B., « Staining of plagioclase feldspar and other minerals with F. D. and C », red n°2. U. S. Geol. Servey Prof, Paper 501(B), 1964, p.152-153.

Sarout J., Molez L., Guéguen Y., « Shale dynamic properties and anisotropy under deformation: Experimental and theoretical investigations", Physics and Chemistry of Earth, 2006. Accepted, published on line.